

Homogeneous liquid dyeing preparation.

Publication number: EP0049777
Publication date: 1982-04-21
Inventor: DERBER BERND; SCHMIDT-HELLERAU CHRISTOF;
SENNINGER RUDOLF DR
Applicant: BASF AG (DE)
Classification:
- international: **C09B67/22; C09B67/42; C09B67/00;** (IPC1-7):
C09B67/42
- european: C09B67/00M; C09B67/00P
Application number: EP19810107341 19810917
Priority number(s): DE19803038683 19801014; DE19813115210 19810415

Also published as:

EP0049777 (A3)

EP0049777 (B1)

Cited documents:

GB1564098

JP49026150B

Report a data error here**Abstract of EP0049777**

1. A homogeneous fluid colorant for coloring glue, comprising 20 to 70% of colouring constituents consisting of one or more soluble anionic or cationic dyes, and one or more finely divided pigments ; water ; water-soluble organic solvents and dispersants ; and, if desired, water-soluble organic acids.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

11

Veröffentlichungsnummer:

0 049 777

A2

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21

Anmeldenummer: 81107341.0

51

Int. Cl.³: **C 09 B 67/42**

22

Anmeldetag: 17.09.81

30

Priorität: 14.10.80 DE 3038683
15.04.81 DE 3115210

43

Veröffentlichungstag der Anmeldung:
21.04.82 Patentblatt 82/16

84

Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE FR GB IT LI

71

Anmelder: BASF Aktiengesellschaft
Carl-Bosch-Strasse 38
D-6700 Ludwigshafen(DE)

72

Erfinder: Derber, Bernd
An der Froschlache 3/13
D-6700 Ludwigshafen(DE)

72

Erfinder: Schmidt-Hellerau, Christof
Rheinrugenstrasse 45
D-6700 Ludwigshafen(DE)

72

Erfinder: Senninger, Rudolf, Dr.
Am Dorfzaun 10
D-6700 Ludwigshafen(DE)

54

Flüssige Farbmittel.

57

Die Erfindung betrifft flüssige Farbmittel, die dadurch gekennzeichnet sind, daß sie einen oder mehrere in Wasser oder Lösungsmitteln gut lösliche Farbstoffe, ein oder mehrere Pigmente und Lösungsmittel sowie gegebenenfalls Dispergiermittel enthalten.

Die erfindungsgemäßen Farbmittel eignen sich sehr gut zum Färben wäßriger und nichtwäßriger Medien, insbesondere von Leimen und Schuhcreme.

EP 0 049 777 A2

BASF Aktiengesellschaft

O.Z. 0050/034711/

035098

Flüssige Farbmittel

Die Erfindung betrifft flüssige Farbmittel, die dadurch gekennzeichnet sind, daß sie einen oder mehrere lösliche
5 Farbstoffe, ein oder mehrere feinverteilte Pigmente und Lösungsmittel sowie gegebenenfalls Dispergiermittel enthalten.

10 Als gut lösliche Farbstoffe kommen kationische, nichtionogene und anionische Farbstoffe in Betracht, wobei die ionogenen Farbstoffe in der Regel durch geeignete Anionen bzw. Kationen in dem zur Verwendung kommenden Lösungsmittel gut löslich gemacht sind.

15 Kationische Farbstoffe für die erfindungsgemäßen Farbmittel entstammen vorwiegend der Di- oder Triarylmethan-, Xanthen-, Azo-, Cyanin-, Azacyanin-, Methin-, Acridin-, Safranin-, Oxazin-, Indulin- oder Nigrosin-Reihe. Einzelne Verbindungen sind z.B. Basic Yellow 2 (C.I. 41000), Basic
20 Red 1 (C.I. 45160), Basic Violet 10 (C.I. 45170), Basic Blue 26 (C.I. 44045), Basic Blue 7 (C.I. 42595), Basic Blue 1 (C.I. 42025), Basic Violet 1 (C.I. 42535), Basic Violet 3 (C.I. 42555), Basic Green 1 (C.I. 42040), Basic Green 4 (C.I. 42000) sowie Phenazin-Farbstoffe, wie Sol-
25 vent Blue 7 (C.I. 50400). Farbstoffe aus der Azo-, Triarylmethan- und Xanthenreihe sind bevorzugt.

30

35

Als Anionen kommen für wässrige Farbmittel die üblichen von anorganischen Säuren und niederen Carbonsäuren abgeleiteten, wie Chlorid, Bromid, Sulfat, Methosulfat, Ethosulfat, Nitrat, Formiat, Acetat oder Propionat in Betracht. Wenn Löslichkeit in organischen Lösungsmitteln wesentlich ist, sind insbesondere langkettige Carbonsäureanionen wie Oleat geeignet.

Man kann die gut löslich machenden Anionen auch dadurch einführen, daß man die kationischen Farbstoffe in Form der zugehörigen Farbbasen mit den die Anionen liefernden Säuren umsetzt.

Als Farbbasen seien beispielsweise Solvent Yellow 34 (C.I. 41010:1), Solvent Orange 3 (C.I. 11270:1), Solvent Red 49 (C.I. 45170:1), Solvent Violet 8 (C.I. 42532:1), Solvent Violet 9 (C.I. 42555:1), Solvent Blue 2 (C.I. 42563:1), Solvent Blue 4 (C.I. 44045:1) und Solvent Black 7 (C.I. 50415:1) genannt.

Nichtionogene Farbstoffe für die erfindungsgemäßen Farbmittel entstammen vorwiegend der Azo-, Nitro- oder Anthrachinon-Reihe, vorzugsweise sind die im Colour Index unter Solventfarbstoffen aufgeführten Verbindungen zu nennen.

Als anionische Farbstoffe kommen insbesondere sulfonsäuregruppenhaltige Verbindungen aus der Reihe der Azo-, Anthrachinon-, Metallkomplex-, Triarylmethan- oder Stilben-Reihe in Betracht, wobei insbesondere Azofarbstoffe und Phthalocyaninderivate bevorzugt sind.

Einzelne anionische Farbstoffe sind beispielsweise die im Colour Index beschriebenen Farbstoffe Acid Yellow 3 (C.I. 47005), Acid Yellow 36 (C.I. 13065), Acid Yellow 19 (C.I. 18967), Acid Orange 7 (C.I. 15510), Acid Orange 8 (C.I.

15575), Acid Red 88 (C.I. 15620), Acid Red 351 (C.I. 28683), Acid Violet 90 (C.I. 18762), Acid Blue 9 (C.I. 42090), Acid Blue 193 (C.I. 15707), Direct Blue 86 (C.I. 74180) sowie

5 2,5-Dichlor-4- —————> 3-Cyano-4-methyl-2,6-di(β-hydroxy-ethylamino)-pyridin
-sulfo-anilin (als Dibutyl-ethanolaminsalz),

10 2-Hydroxy-3-nitro- —————> 1-Phenyl-3-methyl-pyrazolon-5
-5-sulfo-anilin (als Chrom-(1:2)-Komplex)

2-Hydroxy-4-sulfo-6- —————> β-Naphthol (als Chrom-(1:2)-
-nitro-naphthylamin-1 -Komplex)

15 und

2-Hydroxy-3-sulfo-5- —————> 1-Phenyl-3-methyl-pyrazolon-5
-nitro-anilin (als Chrom-(1:2)-Komplex).

20 Als Wasserlöslichkeit vermittelnde Kationen sind dabei insbesondere Alkali (Li^+ , Na^+ , K^+), Ammonium- und substituierte Ammoniumkationen, insbesondere Alkanolammoniumkationen zu nennen.

25 Für organische Lösungsmittel enthaltende erfindungsgemäße Farbmittel sind als anionische Farbstoffe insbesondere Metallkomplex-Farbstoffe geeignet, z.B. die Chrom- oder Kobalt-Komplexe von Azo- oder Azomethin-Farbstoffen sowie Kupferphthalocyanin-Farbstoffe.

30

Als Kationen für die Farbstoffe sind insbesondere längerhaltige Alkylammoniumreste geeignet, entsprechende Farbstoffe sind z.B. in den deutschen Patentschriften 12 26 727, 12 63 947 und 23 34 228 beschrieben.

35

Voraussetzung für eine Verwendbarkeit in den erfindungsge-
mäßten Farbmitteln ist bei allen genannten Farbstoffen, daß
sie sich in möglichst hoher Konzentration lösen lassen.
Die Farbstoffe sind auch in Form von konzentrierten Farb-
5 stofflösungen verwendbar und Methoden zur Herstellung
solcher Lösungen sind insbesondere in der Patentliteratur
zahlreich beschrieben, z.B. in den Patentanmeldungen
P 30 20 891.4, P 30 36 556.1, DE-AS 12 40 036,
DE-AS 20 49 620, DE-OS 22 28 260, DE-OS 28 52 863, DE-OS
10 28 16 506 oder DE-AS 24 13 369 sowie den DE-PS 1 259 484
und DE-PS 2 334 228.

Als Pigmente kommen anorganische und organische in Betracht.
Einzige Voraussetzung für ihre Verwendbarkeit ist, daß sie
15 sich im Farbmittel fein verteilen lassen. Eine repräsen-
tative Auswahl von geeigneten Pigmenten findet sich im Colour
Index, Kapitel Pigmente. Einzelne bevorzugte Pigmente und
Pigmentgruppen sind beispielsweise: Ruß, Eisenoxide,
Phthalocyanine, Azo-Pigmente, Nickeltitangelb, Chromgelb,
20 Molybdatorange, Miloriblauf sowie Chinacridon-, Perylen-,
Oxazin- und anthrachinoide Pigmente.

Aus ökonomischen Gründen sind preiswerte Pigmente wie
Ruß, Eisenoxide, Azoverbindungen und Phthalocyanine bevor-
25 zugt.

Als Dispergiermittel sind praktisch alle Verbindungen ge-
eignet, die üblicherweise für die Herstellung von wäßrigen
Pigmentdispersionen verwendet werden. Es kommen sowohl an-
30 ionische, als auch kationische, vorzugsweise nichtionogene
Dispergiermittel in Betracht. Geeignete nichtionogene Ten-
side sind beispielsweise Polyethylenglykole sowie Ethoxy-
lierungsprodukte auf der Basis von linearen Fettsäuren,
Fettaminen, Fettsäureamiden und Fettalkoholen. Geeignete
35 anionaktive Dispergiermittel sind z.B. Fettalkoholether-



sulfate und Alkylphenoethersulfate. Als kationaktive Tenside können beispielsweise quarternäre Ammoniumsalze langkettiger Fettalkylamine verwendet werden. Bei Verwendung von anionaktiven bzw. kationaktiven Tensiden ist jedoch sorgfältig darauf zu achten, daß Reaktionen mit dem anionischen oder kationischen Farbstoff vermieden werden.

Die erfindungsgemäßen Farbmittel enthalten Wasser und/oder organische Lösungsmittel.

Die Wahl des oder der organischen Lösungsmittel für die erfindungsgemäßen Farbmittel richtet sich nach dem Verwendungszweck dieser Farbmittel. Beispielsweise enthalten Flexodruckfarben normalerweise polare Lösungsmittel, Lacke und Wachslösungen dagegen unpolare Lösungsmittel.

Als polare organische Lösungsmittel eignen sich z.B. Alkanole, Glykole, Glykolether, Amide, Tetrahydrofuran, Butyrolacton, Dioxan, Dimethylsulfoxid, niedere Carbonsäureester, Ketone sowie aliphatische Carbonsäuren, wobei von diesen Ameisensäure und Essigsäure bevorzugt sind.

Als unpolare und weniger polare organische Lösungsmittel kommen langkettige aliphatische Alkanole, Carbonsäuren, Ester, Ketone oder Ether sowie bevorzugt aliphatische und aromatische Kohlenwasserstoffe und halogensubstituierte Kohlenwasserstoffe in Betracht.

Die erfindungsgemäßen Farbmittel enthalten Farbstoffe und Pigmente in Mengen von etwa 20 - 70 %, vorzugsweise 40 - 60 %. Das Mengenverhältnis von löslichem Farbstoff zu Pigment kann in weiten Grenzen variiert werden, bestimmend dafür sind im wesentlichen der gewünschte Farbton und ökonomische Faktoren. Der Anteil an polaren (inklusive

sive Wasser) und/oder unpolaren Lösungsmitteln liegt bei 30⁷
- 80 %, vorzugsweise 40 - 60 %, bezogen jeweils auf die
Gesamtmenge. Die Menge der gegebenenfalls anwesenden Säuren
und Tenside kann bis zu 30 %, vorzugsweise 5 bis 20 %,
5 betragen.

Die Auswahl der Farbstoffe richtet sich selbstverständlich
ebenfalls nach dem Verwendungszweck und der Löslichkeit
im vorgegebenen Medium.

10

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Farbmittel kann man
z.B. die Lösung eines gut löslichen Farbstoffs in einem
organischen Lösungsmittel mit einer vorzugsweise nicht
wäßrigen Pigmentdispersion mischen. Man kann aber auch ein
15 Pigment direkt in der Farbstofflösung dispergieren. Man
kann den erfindungsgemäßen Farbmitteln natürlich auch noch
weitere Stoffe, wie Verdickungsmittel oder Bindemittel zu-
setzen. Einzelheiten der Herstellung können den Beispielen
entnommen werden, in denen sich Angaben über Teile und Pro-
20 zente, sofern nicht anders vermerkt, jeweils auf das Gewicht
beziehen.

25

Die erfindungsgemäßen Färbemittel eignen sich einerseits
zum Färben wässriger Medien aller Art, z.B. von Papier-
massen, Leimen, Holzimprägniermitteln, Pflanzenschutz-
mitteln, Düngemitteln, ferner zum Färben und Imprägnieren
von Glasfasern und Glaswolle, Jutefilz, wäßrigen Druck-
farben, Gittergeweben für Teppichunterlagen usw. Besonders
wertvoll sind die erfindungsgemäßen Wasser enthaltenden
30 Farbmittel zum Färben von Leimen, wie sie zur Herstellung
von Spanplatten verwendet werden.

30

Andererseits sind die erfindungsgemäßen Farbmittel insbeson-
dere zum Färben von organische Lösungsmittel enthaltenden
35 Medien aller Art, z.B. von Bohnermassen, Kerzen, Druckfar-

35



ben, Lacken, Holzimprägniermitteln, Pflanzenschutzmitteln, Klebern usw. geeignet. Besonders wertvoll sind die organische Lösungsmittel enthaltenden erfindungsgemäßen Farbmittel zum Färben von Schuhcreme.

5

Die erfindungsgemäßen Farbmittel bieten gegenüber bisher verwendeten Farbstoffen insbesondere ökonomische Vorteile. Überraschend war vor allem, daß sie sich in homogener Form herstellen und ohne Entmischung lagern lassen.

10

Beispiel 1

2 Teile eines Flüssigfarbstoffs, enthaltend 40 % C.I. Acid Orange 7 (C.I. 15510)

15 1 Teil einer Pigmentpräparation, enthaltend 35 % Farbruß (C.I. Pigment Black 7) sowie nichtionogene Dispergiermittel und Glykol,

werden unter Rühren gemischt. Es entsteht eine flüssige, leicht thixotrope Farbmittelmischung von guter Lagerbeständigkeit.

20

Beispiel 2

1 Teil eines Flüssigfarbstoffs, enthaltend 45 % C.I. Basic Violet 49 (Herstellung ist beschrieben in der DE-OS 22 28 260/Beispiel 3), und

25

1 Teil einer Pigmentpräparation, enthaltend 40 % Eisenoxidrot (C.I. Pigment Red 101) sowie nichtionogene Dispergiermittel und Glykol,

30 werden unter Rühren gemischt. Man erhält eine gut fließende Mischung, die sich leicht in wäßrige Medien einarbeiten läßt.

35

Beispiel 3

- 2 Teile eines Flüssigfarbstoffs, enthaltend 45 % C.I.
Basic Violet 49 (siehe Beisp. 2), und
5 1 Teil einer Pigmentpräparation, enthaltend 60 % Eisen-
oxidrot (C.I. Pigment Red 101) sowie nichtion-
ogene Dispergiermittel und Dipropylenglykol,
werden unter Rühren gemischt. Man erhält einen gut fließen-
den Teig, der mit wäßrigen Medien gut mischbar ist.

10

Beispiel 4

- 2 Teile eines Flüssigfarbstoffs, enthaltend 45 %
C.I. Basic Violet 49 (siehe Beispiel 2), und
15 1 Teil einer Pigmentpräparation, enthaltend 35 % Farbruß
(C.I. Pigment Black 7) sowie nichtionogene Dis-
pergiermittel und Glykol
werden unter Rühren gemischt. Es entsteht eine flüssige
Farbmittelmischung von guter Fließfähigkeit und Lagerstabi-
20 lität.

Beispiel 5

- 2 Teile eines Flüssigfarbstoffs, enthaltend 40 % C.I.
25 Acid Orange 7 (siehe Beispiel 1) und
1 Teil einer Pigmentpräparation, enthaltend 40 % Kupfer-
phthalocyaninblau (C.I. Pigment Blue 15:1) sowie
nichtionogene Dispergiermittel und Glykol,
werden unter Rühren gemischt. Die erhaltene lagerstabile
30 Mischung läßt sich leicht in wäßrige Medien einrühren.

Beispiel 6

- 200 Teile eines Flüssigfarbstoffs, enthaltend 40 % C.I.
Acid Orange 7 (siehe Beispiel 1),
- 5 45 Teile eines transparenten Eisenoxidrots (C.I. Pigment
Red 101),
- 5 Teile eines oxethylierten Fettalkohols,
20 Teile Ethylenglykol und
80 Teile Wasser
- 10 werden auf einer Rührwerkskugelmühle eine Stunde lang ange-
rieben. Das erhaltene teigförmige Farbmittel ist lagersta-
bil, stippenfrei und mit wäßrigen Medien leicht mischbar.

Beispiel 7

- 15 100 Teile eines Flüssigfarbstoffs, enthaltend 45 % C.I.
Basic Violet 49 (siehe Beispiel 2),
- 120 Teile Eisenoxidrot (C.I. Pigment Red 101),
- 5 Teile eines oxethylierten Fettalkohols,
- 20 20 Teile Ethylenglykol und
40 Teile Wasser
- werden auf einer Rührwerkskugelmühle eine Stunde lang an-
gerieben. Man erhält einen gut fließenden Teig, der sich
leicht in wäßrige Medien einarbeiten läßt.

25

Beispiel 8

- 100 Teile eines Flüssigfarbstoffs, enthaltend 45 % C.I.
Basic Violet 49 (siehe Beispiel 2),
- 30 80 Teile β -Kupferphthalocyaninblau (C.I. Pigment Blue
15:3),
- 5 Teile eines oxethylierten Fettalkohols,
20 Teile Ethylenglykol und
80 Teile Wasser

35

werden auf einer Rührwerkskugelmühle eine Stunde lang angetrieben. Die erhaltene teigförmige Mischung ist gut fließfähig und mit wäßrigen Medien einwandfrei mischbar.

5 Beispiel 9

100 Teile eines orangefarbenen Flüssigfarbstoffs (s. Beispiel 3, DE-OS 28 52 919),

10 80 Teile β -Kupferphthalocyaninblau (C.I. Pigment Blue 15:3),

5 Teile eines oxethylierten Fettalkohols,

20 Teile Ethylenglykol und

40 Teile Wasser

15 werden auf einer Rührwerkskugelmühle eine Stunde lang angetrieben. Man erhält einen gut fließenden Teig, der in wäßrige Medien leicht eingerührt werden kann.

Beispiel 10

20 200 Teile eines Flüssigfarbstoffs, enthaltend 40 % C.I. Acid Orange 7 (siehe Beispiel 1),

250 Teile Eisenoxidrot (C.I. Pigment Red 101),

10 Teile eines Kondensationsproduktes von β -Naphthalinsulfonsäure und Formaldehyd (als Natriumsalz),

25 20 Teile Ethylenglykol und

20 Teile Wasser

werden auf einer Rührwerkskugelmühle eine Stunde lang angetrieben. Der erhaltene lagerstabile Teig ist gut zum Färben von wäßrigen Medien geeignet.

30

35

Beispiel 11

- 100 Teile eines Flüssigfarbstoffs, enthaltend 45 % C.I.
Basic Violet 49 (siehe Beispiel 2),
5 120 Teile Eisenoxidrot (C.I. Pigment Red 101),
5 Teile C₁₂/C₁₄-Fettalkyl-dimethyl-benzyl-ammoniumchlorid,
20 Teile Ethylenglykol und
3 Teile Polyvinylpyrrolidon
werden auf einer Rührwerkskugelmühle eine Stunde lang ange-
10 rieben. Man erhält einen lagerstabilen, gut fließenden
Teig, der mit wässrigen Medien sehr gut verträglich ist.

Beispiel 12

- 15 10 Teile des Pigments C.I. Pigment Blue 15:3, C.I. 74160,
(ß-Kupferphthalocyaninblau) werden mit 90 Teilen einer Lö-
sung eines braunen Oxazin-Farbstoffs (70%ig in 2-Ethylhexa-
nol) auf einer Rührwerkskugelmühle eine Stunde lang angerie-
ben.
20 Die Herstellung des Braun-Farbstoffs erfolgte durch Oxi-
dation von 2-Ethylhexyl-o-phenylendiamin und ist in der An-
meldung P 30 20 891.4, Beispiel 4 beschrieben.
25 Man erhält ein schwarzes, gut fließendes Konzentrat, das
sich zum Färben von Schuhcreme eignet.

Beispiel 13

- 30 20 Teile einer Pigmentpaste auf Basis C.I. Pigment Blue 15:3
und 80 Teile der Lösung eines braunen Oxazin-Farbstoffs
(entsprechend Beispiel 12) werden unter Rühren gemischt. Man
erhält eine gut fließende, schwarze Mischung, die gut lager-
stabil ist und sich leicht in benzinhaltige Wachsmischungen
35 einarbeiten läßt.

- Obige Pigmentpaste enthält
- 25 % C.I. Pigment Blue 15:3 (β -Kupferphthalocyanin),
- 15 % Dispergiermittel und
- 60 % eines Lösungsmittelgemisches aus
- 5 7 Teilen eines hochsiedenden aromatischen Kohlenwasserstoff-Gemisches und
- 3 Teilen Ethylglykolacetat.

Beispiel 14

10

- 25 Teile einer Pigmentpaste aus C.I. Pigment Blue 15:1, C.I. 74160 (α -Kupferphthalocyanin-Blau) in einem kurzöligem Alkydharz werden unter Rühren gemischt mit
- 75 Teilen der Lösung eines braunen Oxazin-Farbstoffs (entsprechend Beispiel 12).
- 15

Es entsteht eine flüssige Farbmittelmischung von guter Fließfähigkeit und Lagerstabilität, die z.B. für schwarze Schuhcreme gut geeignet ist.

20

Beispiel 15

- 10 Teile des Pigments C.I. Pigment Violet 27, C.I. 42535:3, (Farblack von Methylviolett) werden mit
- 25 90 Teilen der Lösung eines braunen Oxazin-Farbstoffs (entsprechend Beispiel 12) auf einer Rührwerkskugelmühle 1 Stunde lang angerieben.

- Das erhaltene gut fließende Farbmittel ist lagerstabil, stippenfrei und mit Systemen auf Basis organischer Lösungsmittel leicht mischbar.
- 30

35

Beispiel 16

20 Teile des Pigmentes C.I. Pigment Blue 27 (Miloriblau) werden mit

- 5 80 Teilen der Lösung eines braunen Oxazin-Farbstoffs (entsprechend Beispiel 12) auf einer Rührwerkskugelmühle 1 Stunde lang angerieben.

10 Man erhält eine gut fließende schwarze Mischung, die sich z.B. zum Färben von Schuhcreme eignet.

Beispiel 17

- 15 15 Teile des Pigments C.I. Pigment Yellow 12, C.I. 21090, (Benzidingelb) werden mit

85 Teilen der Lösung des Kondensationsproduktes aus 1,4-Dihydroxyanthrachinon und 2,3-Dihydro-1,4-diaminoanthrachinon mit β -Ethylhexoxypropylamin, β -Ethylhexylamin und γ -Methoxypropylamin auf einer Rührwerkskugelmühle 1 Stunde lang angerieben.

Man erhält eine dünnflüssige, dunkelgrüne Farbmittelpräparation, die mit organischen Lösungsmitteln mischbar ist.

25 Beispiel 18

20 Teile des Pigmentes C.I. Pigment Yellow 42, C.I. 77492, (Eisenoxidgelb) werden mit

- 30 80 Teilen eines flüssigen Farbstoffkonzentrates 30 Min. auf einer Rührwerkskugelmühle angerieben. Das flüssige Farbstoffkonzentrat besteht aus der 50%igen Lösung des Azofarbstoffs aus o-Aminoazotoluol \rightarrow β -Phenylethyl-naphthol-2 (Isomerengemisch, beschrieben in der DE-OS 28 52 863) in einem Gemisch aromatischer Kohlenwasserstoffe.

Die entstandene dünnflüssige, rote Farbmittelmischung ist gut lagerbeständig, neigt nicht zum Flocken oder Absetzen und eignet sich zum Färben von Medien auf Basis organischer Lösungsmittel.

5

Beispiel 19

30 Teile einer Pigmentpaste auf Basis C.I. Pigment Blue 15:3 (entsprechend Beispiel 13) werden mit
10 40 Teilen eines Farbbasenaufschlusses von
40 % C.I. Solvent Blue 4, C.I. 44045, (Victoriablaubase B) in 60 % Olein und
30 Teilen Toluol unter Rühren gemischt.

15 Man erhält eine niedrigviskose Farbpaste von guter Lagerstabilität, die zum Färben von organischen Medien aller Art, wie Wachslösungen, Druckfarben und Lacken verwendet werden kann.

20 Beispiel 20

10 Teile des Pigmentes C.I. Pigment Blue 15:3 (ß-Kupferphthalocyaninblau) werden mit
88 Teilen der Lösung eines braunen Oxazin-Farbstoffs (entsprechend Beispiel 12) und 2 Teilen eines Vinylpyrrolidon-Vinylacetat-Copolymerisates auf einer Rührwerkskugelmühle
25 1 Stunde lang angerieben.

Die erhaltene Farbmittelpräparation eignet sich zum Färben
30 von alkoholischen Flexodruckfarben. Die damit hergestellten Drucke besitzen eine einwandfreie Sublimierechtheit. Auch für dokumentenechte Kugelschreiberpasten kann diese Präparation verwendet werden, z.B. nach folgendem Rezept:
100 Teile der genannten Schwarzmischung
35 25 Teile Benzylalkohol

25 Teile Phenylglykol
10 Teile Olein
5 Teile 1,2-Propylenglykol
35 Teile Phthalatharz

5

Die mit dieser Kugelschreiberpaste erzielte Schrift ist durch Wasser, Ethanol, Aceton oder Toluol nicht zu entfernen.

10 Beispiel 21

20 Teile einer Pigmentpaste auf Basis C.I. Pigment Blue 15:3 (entsprechend Beispiel 13) werden mit

80 Teilen eines Flüssigfarbstoffes der folgenden Zusammensetzung gemischt:

15 34 % des 1:2-Kobalt-Mischkomplexes aus 4-Nitro-2-aminophenol \rightarrow 1-Phenyl-3-methylpyrazolon und 4-Nitro-2-aminophenol \rightarrow β -Naphthol,

33 % Dimethylformamid und

20 33 % Butyldiglykol.

Man erhält eine dünnflüssige Farbmittelpräparation, die gute Lagerstabilität besitzt, nicht zum Flocken neigt und zum Färben von Medien aller Art auf Basis organischer Lösungsmittel geeignet ist.

25

Beispiel 22

12 Teile einer Pigmentpaste auf Basis C.I. Pigment Blue

30 15:3 (entsprechend Beispiel 13) werden mit

88 Teilen der 60 %igen Lösung eines Orange-Farbstoffs in einem hochsiedenden aromatischen Kohlenwasserstoff-Lösungsmittel unter Rühren gemischt. Die Herstellung des Orange-Farbstoffs ist beschrieben in DE-AS 24 34 110/Beispiel 1.

35

Das erhaltene niedrigviskose, braune Farbmittel kann durch Zusatz von geeigneten Verdickungsmitteln wie z.B. kolloidaler Kieselsäure stabilisiert werden. Es eignet sich z.B. zum Färben von Schuhcreme.

5

Beispiel 23

50 Teile eines gelben Flüssigfarbstoffs (a) werden mit 50 Teilen einer Pigmentpaste (b) auf Basis Kupferphthalocyaninblau unter Rühren gemischt.

10

5 Teile dieser gut fließenden Mischung werden in 95 Teile Flexodruck-Firnis (c) eingerührt. Die so erhaltene grüne Flexodruckfarbe läßt sich leicht verdrucken und besitzt eine gute Wasserechtheit.

15

Bei dem genannten gelben Flüssigfarbstoff (a) handelt es sich um C.I. Basic Yellow 2 (C.I. 41 000) in Form des Dodecylbenzolsulfonats, gelöst ca. 65%ig in einer Mischung aus Ethylglykol und Methyl-isopropylketon.

20

Die Pigmentpaste (b) enthält ca. 30 % C.I. Pigment Blue 15:2, C.I. 74 160, dispergiert in einem Gemisch aus Dodecylbenzolsulfosäure, Kolophonium und Toluol.

25

Der Flexodruck-Firnis (c) enthält
10 % Styrol-Maleinsäure-Mischpolymerisat
8 % synthetisches Verlackungsmittel
82 % Ethanol/Ethylglykol (Mischung 9:1).

30

Beispiel 24

33 Teile eines gelben Flüssigfarbstoffs (a) und 23.5%
67 Teile einer Pigmentpräparation (b) auf Basis Kupferphthalocyaninblau werden unter Rühren miteinander 76.5%
gemischt.

35

5 Teile dieser Mischung werden eingerührt in
95 Teile einer wässrigen Bindemittellösung (c).
Man erhält eine farbstarke, grüne Flexodruckfarbe, die sich
zum Bedrucken von Papier, z.B. für Zementsäcke, eignet.

5

Bei dem genannten gelben Flüssigfarbstoff (a) handelt es
sich um den Azofarbstoff aus Flavonsäure (= 4,4'-Diamino-
-stilben-2,2-disulfosäure), diazotiert und gekuppelt auf
Phenol, als ca. 25%ige Lösung in einem Gemisch aus Neopentyl-
glykol und Wasser.

10

Die Pigmentpräparation (b) enthält ca. 40 % C.I.Pigment
Blue 15:1, dispergiert in einem Gemisch aus nichtionogenen
Dispergiermitteln, Glykol und Wasser.

15

Die Bindemittellösung (c) enthält als verseifbares Harz 25 %
eines Esters aus Phthalsäure und Trimethylolpropan, verseift
mit Ammoniak und gelöst in einem Gemisch aus n-Propanol und
Wasser.

20

25

30

35

Patentansprüche

1. Flüssige Farbmittel, enthaltend einen oder mehrere lösliche Farbstoffe, ein oder mehrere feinverteilte Pigmente und Lösungsmittel sowie gegebenenfalls Dispergiermittel.
5
 2. Farbmittel gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie als lösliche Farbstoffe anionische oder kationische Farbstoffe und als Lösungsmittel Wasser und/oder wasserlösliche Lösungsmittel und gegebenenfalls organische Säuren enthalten.
10
 3. Farbmittel gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie als lösliche Farbstoffe in organischen Lösungsmitteln gut lösliche Farbstoffe und als Lösungsmittel organische Lösungsmittel enthalten.
15
 4. Farbmittel gemäß Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie als lösliche Farbstoffe anionische Azofarbstoffe oder Phthalocyaninderivate enthalten.
20
 5. Farbmittel gemäß Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie als lösliche Farbstoffe kationische Farbstoffe der Azo-, Triarylmethan- oder Xanthenreihe enthalten.
25
 6. Farbmittel gemäß Anspruch 1 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß sie als lösliche Farbstoffe nichtionogene Verbindungen aus der Reihe der Solventfarbstoffe oder durch entsprechende Anionen bzw. Kationen in organischen Lösungsmitteln löslich gemachte kationische bzw. anionische Farbstoffe enthalten.
30
- 35

0049777

BASF Aktiengesellschaft

- 19 -

O.Z. 0050/034711/
035098

7. Farbmittel gemäß Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet
net, daß sie als Pigmente Ruß, Eisenoxide, Azover-
bindungen oder Phthalocyanine enthalten.

5

10

15

20

25

30

35

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

11

Veröffentlichungsnummer:

0 049 777
A3

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21

Anmeldenummer: **81107341.0**

51

Int. Cl.³: **C 09 B 67/42**

22

Anmeldetag: **17.09.81**

30

Priorität: **14.10.80 DE 3038683**
15.04.81 DE 3115210

71

Anmelder: **BASF Aktiengesellschaft,**
Carl-Bosch-Strasse 38, D-6700 Ludwigshafen (DE)

43

Veröffentlichungstag der Anmeldung: **21.04.82**
Patentblatt 82/16

84

Benannte Vertragsstaaten: **BE CH DE FR GB IT LI**

72

Erfinder: **Derber, Bernd, An der Froschlache 3/13,**
D-6700 Ludwigshafen (DE)
Erfinder: **Schmidt-Hellerau, Christof,**
Rheinrugenstrasse 45, D-6700 Ludwigshafen (DE)
Erfinder: **Senninger, Rudolf, Dr., Am Dorfzaun 10,**
D-6700 Ludwigshafen (DE)

88

Veröffentlichungstag des später veröffentlichten
Recherchenberichts: **16.02.83 Patentblatt 83/7**

54

Flüssige Farbmittel.

57

Die Erfindung betrifft flüssige Farbmittel, die dadurch gekennzeichnet sind, daß sie einen oder mehrere in Wasser oder Lösungsmitteln gut lösliche Farbstoffe, ein oder mehrere Pigmente und Lösungsmittel sowie gegebenenfalls Dispergiermittel enthalten.

Die erfindungsgemäßen Farbmittel eignen sich sehr gut zum Färben wäßriger und nichtwäßriger Medien, insbesondere von Leimen und Schuhcremes.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

00497777

EP 81 10 7341

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. *)
X	--- CHEMICAL ABSTRACTS, Band 82, Nr. 18, 5. Mai 1975, Seite 79, Nr. 113257a, Columbus, Ohio, USA & JP - A - 74 26150 (CANON K.K.) 06.07.1974 * Zusammenfassung *	1, 3, 6	C 09 B 67/42
A	--- GB-A-1 564 098 (TROYFEL PRODUCTS) * Beispiel *	1	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. *)
			C 09 B C 09 D
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 19-11-1982	Prüfer DAUKSCH H. J.
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			

EPA Form 1503 03.82